

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11106296
PUBLICATION DATE : 20-04-99

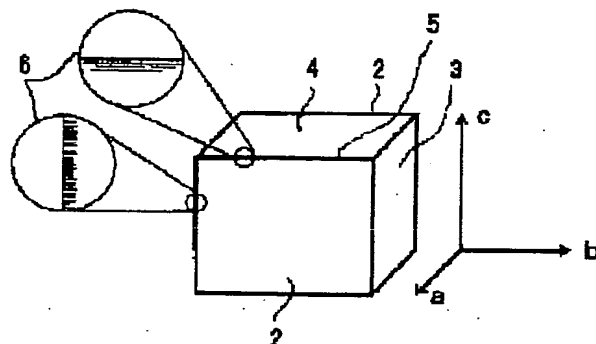
APPLICATION DATE : 30-09-97
APPLICATION NUMBER : 09266686

APPLICANT : MITSUI CHEM INC;

INVENTOR : YAMADA KAZUHIRO;

INT.CL. : C30B 29/30 G02F 1/03 G02F 1/35

TITLE : SINGLE CRYSTAL OPTICAL ELEMENT
AND ITS PRODUCTION



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a KNbO_3 single crystal optical element having a pattern capable of simply identifying the crystal orientation of KNbO_3 single crystal optical element and a method for producing the KNbO_3 single crystal optical element.

SOLUTION: This KNbO_3 single crystal optical element has the plane 2 of incidence and outgoing of laser beam and a pattern 6 capable of identifying the crystal orientation at the side edge part 5 of the plane of incidence and outgoing. The KNbO_3 single crystal optical element is produced by cutting KNbO_3 single crystal subjected to single domain treatment to prepare a KNbO_3 single crystal plate, polishing the plane 2 of incidence and outgoing to laser beam in optical element optical element in mirror finish and cutting the plane of incidence and outgoing of laser beam of the KNbO_3 single crystal plate so as to form the pattern 6 capable of identifying the crystal orientation at the side edge part 5 of the plane of incidence and outgoing of laser beam.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-106296

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月20日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 3 0 B 29/30

C 3 0 B 29/30

A

G 0 2 F 1/03

5 0 1

G 0 2 F 1/03

5 0 1

1/35

5 0 5

1/35

5 0 5

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号

特願平9-266686

(22) 出願日

平成9年(1997) 9月30日

(71) 出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72) 発明者 山 田 一 博

千葉県袖ヶ浦市長浦字拓二号580番32 三

井石油化学工業株式会社内

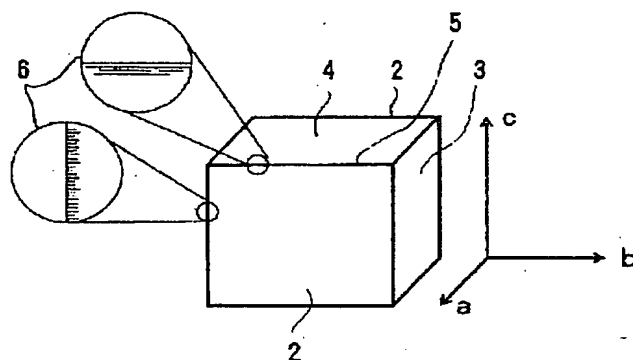
(74) 代理人 弁理士 鈴木 俊一郎

(54) 【発明の名称】 単結晶光学素子およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 KNbO_3 単結晶光学素子の結晶方位が簡便に識別できるパターンを有する KNbO_3 単結晶光学素子およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 レーザー光の入出射面を有し、かつ入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを有することを特徴とする KNbO_3 単結晶光学素子。単分域化処理した KNbO_3 単結晶を切断して KNbO_3 単結晶プレートを作製し、該 KNbO_3 単結晶プレートのレーザー光入出射面を鏡面研磨したのち、 KNbO_3 単結晶プレートのレーザー光入出射面を、レーザー光入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを形成するように切断することを特徴とする KNbO_3 単結晶光学素子の製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】レーザー光の入出射面を有し、かつ入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを有することを特徴とする KNbO_3 単結晶光学素子。

【請求項2】前記パターンが、 KNbO_3 単結晶プレートを切断して KNbO_3 単結晶光学素子を製造する際に形成されたドメインパターンまたはチップングであることを特徴とする請求項1に記載の KNbO_3 単結晶光学素子。

【請求項3】前記パターンの幅が0.5mm以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の KNbO_3 単結晶光学素子。

【請求項4】単分域化処理した KNbO_3 単結晶を切断して KNbO_3 単結晶プレートを作製し、

該 KNbO_3 単結晶プレートのレーザー光入出射面を鏡面研磨したのち、

KNbO_3 単結晶プレートのレーザー光入出射面を、レーザー光入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを形成するように切断することを特徴とする KNbO_3 単結晶光学素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】本発明は、波長変換、光変調などに使用される KNbO_3 単結晶光学素子およびその製造方法に関する。

【0002】

【発明の技術的背景】ニオブ酸カリウム(KNbO_3)単結晶は、非線形光学材料として、あるいは電気光学材料として、圧電材料として注目され、特に、860nmまたは980nm近傍の単色光であるレーザー光をそれぞれ1/2の高調波に変換するSHG(Second Harmonic Generation)特性が高いため、非線形光学材料として注目されている。

【0003】この KNbO_3 単結晶は、T. FUKUDA, Y. UEMATU, J. J. A. P. 11(1973)163に記載されているように、炭酸カリウムと酸化ニオブ(Nb_2O_5)との粉状混合物を1050℃以上の温度に加熱溶解し、得られた融液に種結晶を浸し、融液の温度を徐々に下げて成長させることができる。このようにして得られた KNbO_3 単結晶を冷却すると、約420℃で立方晶系から正方晶系に構造相転移を起こし、約210℃で正方晶系から斜方晶系に構造相転移し、室温では斜方晶系であって多分域状態の KNbO_3 単結晶が得られる。

【0004】このような KNbO_3 単結晶は、室温で斜方晶系の対称性を持ち、たとえば860nmのSHGでは、a面の入射面に、b軸と平行な偏光面を有する偏波光を入射すると、c軸に平行な偏光面を有するSHG波が得られる。この入射レーザー偏光方向がb軸方向から傾くと変換効率が低下する。このため、入射レーザーと結晶軸は、入射方向と偏波方向とを特定の結晶方位に合わせ

る必要がある。

【0005】従来、 KNbO_3 単結晶を波長変換素子などの光学素子として用いる場合には、図3に示すように、鏡面研磨されたレーザー光入射面11と出射面11'の法線方向、および側面12、13は、特定の結晶方位となっている。たとえば、860nmのSHG用途では、レーザー光の入出射面11、11'がa面で、他の面12、13はb面とc面である。

【0006】このようなレーザー光の入出射面と他の面の結晶方位を識別するため、結晶素子の側面に印を記入したり、または結晶素子の角をサンドペーパーなどで削って目印にしたり、さらに結晶素子の長さを異ならせるなど方法が行われてきた。

【0007】しかしながら、結晶素子の側面に印を記入する方法および結晶素子の角を削る方法は、結晶素子の大きさが10×10×10mm程度であり、かつ処理する結晶素子が少量である場合に有効な手段であるものの、結晶素子が3×3×3mm程度の大きさになった場合、または結晶素子の処理量が多い場合には、作業が煩雑で、非効率的であるという問題点があった。また、結晶素子の側面に印を記入する方法では、ペイント材質が光学コーティング中に蒸発して消えたり、デバイス使用時に蒸発し、周辺環境を汚染する原因となることがあるなどの欠点があった。

【0008】さらに結晶素子の長さを異ならせる方法では、目視で判定できるのは、少なくとも0.3~0.5mm程度の素子長の違いが必要であり、それ以下の長さの違いでは、ノギスやマイクロメータなどの測長器が必要となるなどの問題点があった。また限られた結晶からの取れ数が少なくなり、採算性が良くないという欠点もあった。

【0009】

【発明の目的】本発明は、上記従来技術の問題点を解決しようとするものであって、 KNbO_3 単結晶光学素子の結晶方位を簡便に識別できるようなパターンを有する KNbO_3 単結晶光学素子およびその製造方法を提供することを目的としている。

【0010】

【発明の概要】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子は、レーザー光の入出射面を有し、かつ入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを有することを特徴としている。

【0011】前記パターンは、 KNbO_3 単結晶プレートを切断して KNbO_3 単結晶光学素子を製造する際に形成されたドメインパターンまたはチップングであることが好ましい。

【0012】また、前記パターンの幅は、が0.5mm以下であることが好ましい。本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子は、単分域化処理した KNbO_3 単結晶を切断して KNbO_3 単結晶プレートを作製し、該 KNbO_3 単結晶

プレートのレーザー光入出射面を鏡面研磨したのち、 KNbO_3 単結晶プレートのレーザー光入出射面を、レーザー光入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを形成するように切断することを特徴とすしている。

【0013】

【発明の具体的説明】以下、本発明に係る単結晶光学素子およびその製造方法について具体的に説明する。

【0014】 $[\text{KNbO}_3]$ 単結晶光学素子】まず、本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子を図面を用いて具体的に説明する。

【0015】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子は、たとえば図1に示すように KNbO_3 単結晶のa面2をレーザー光の入出射面、側面をそれぞれb面3とc面4とすると、a面2の側縁部5に、結晶方位を確認しうるパターン6を有している。

【0016】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子に使用される KNbO_3 単結晶としては、たとえばTSSG (Top Seeded Solution Growth) 法により製造し、所定の結晶方位に切り出した KNbO_3 単結晶が用いられる。このような KNbO_3 単結晶は、通常、単分域化処理したものが使用される。

【0017】なお、本明細書では、互いに分極方向の異なるドメインが隣接した複数のドメインをマルチドメインといい、このようなマルチドメインが形成されている状態を多分域状態という。また、この多分域状態にある単結晶を、分域方向が一様に揃ったモノドメイン状態にすることを単分域化処理という。

【0018】側縁部5のパターン6は、 KNbO_3 単結晶プレートを切断して KNbO_3 単結晶光学素子を製造する際に形成されたドメインパターンまたはチップングであることが好ましい。

【0019】ドメインパターンは、 KNbO_3 単結晶プレートを切断する際、切断面に近い KNbO_3 単結晶が多分域状態に変化することによって形成される。また、チップングは、 KNbO_3 単結晶プレートを切断する際に形成された切断面の欠けである。

【0020】たとえば、図1に示される KNbO_3 単結晶光学素子の場合、パターンは、c面4の側縁部で縁に平行なライン状となり、b面3の側縁部で縁に垂直なライン状となる。このようなパターンの幅は、0.5mm以下、好ましくは0.3mm以下であることが望ましい。

【0021】また、本発明に係る単結晶光学素子では、 KNbO_3 単結晶のa面以外の面をレーザー光の入出射面とすることもできる。たとえば、図2に示すように、a-b軸面内でa軸から 60° の方向を垂線とする 60° a-b面7をレーザー光の入出射面、 30° a-b面8およびc面9を側面とすることもできる。

【0022】この場合、パターンは、c面の側縁部10で三角形状であり、 30° a-b面の側縁部10にはパターンは形成されない。このように、本発明に係る単結晶

光学素子は、レーザー光の入出射面の側縁部に、結晶方位を確認しうるパターンを有している。側縁部を観察することにより、側面（たとえば、b面とc面）の識別を容易に行うことができる。

【0023】 $[\text{KNbO}_3]$ 単結晶光学素子の製造方法】次に、本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子の製造方法について説明する。まず、本発明では、単分域化処理した KNbO_3 単結晶を切断して KNbO_3 単結晶プレートを作製する。

【0024】なお、 KNbO_3 単結晶の単分域化処理は、 KNbO_3 単結晶のc面に、銀粉末あるいはカーボン粉末などの導電性粉末を含む導電性ペーストを塗布するか、あるいは金などを蒸着して、正極および負極を形成し、次いで 200°C で 1 kV/cm 以上の電界を KNbO_3 単結晶の正負両極間に印加することによって行うことができる。このような単分域化処理では、 KNbO_3 単結晶と電極との間に半絶縁性物質層を設けてもよい。

【0025】 KNbO_3 単結晶の切断方法としては、特に限定されるものではなく、たとえば、ダイヤモンドが埋め込まれた回転刃などを使用することができる。次に、得られた KNbO_3 単結晶プレートは、鏡面研磨して、レーザー光入出射面を形成する。

【0026】鏡面研磨は、ピッチャクロスを定盤にして、酸化セリウム、アルミナまたはシリカなどの微粒子を研磨材に用いて行われる。鏡面研磨後の KNbO_3 単結晶プレートは、レーザー光入出射面の側縁部に結晶方位を確認しうるパターンを形成するように、レーザー光入出射面を切断して KNbO_3 単結晶光学素子を作製する。

【0027】 KNbO_3 単結晶プレートの切断方法としては特に限定されるものではなく、たとえば、ダイヤモンドが埋め込まれた回転刃などを用いて行われる。このとき、切断箇所から0.5mm以下の幅のパターンが形成されるように、レーザー光入出射面を切断することが好ましい。

【0028】得られた KNbO_3 単結晶光学素子は、必要に応じて、洗浄などを行ってもよい。

【0029】

【発明の効果】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子によれば、容易に結晶方位の識別を行うことができる。このため、デバイスの組み立て時に、結晶方位の間違ひによる不良率を低減させることができる。特に、素子の整列を自動化する際、素子の側縁部のパターン認識で結晶方位を確認できるため、大量生産に好適である。

【0030】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子の製造方法によれば、パターンの作成工程を KNbO_3 単結晶光学素子の切断工程と同一に行うことができる。

【0031】

【実施例】以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0032】

【実施例1】 KNbO_3 単結晶は、TSSG法で育成した。すなわち、平均直径80mm、深さ80mmの白金ルツボにカリウム分が過剰の KNbO_3 粉末を入れ、抵抗加熱により KNbO_3 粉末を熔融した。次いでこの熔融液の表面にシード付けを行い、 KNbO_3 単結晶を成長させた。こうして得られた $40 \times 40 \times 20 \text{ mm}$ の KNbO_3 単結晶から、 $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}$ の大きさの結晶ブロックを切り出し、単分域化処理を行った。単分域化処理は、 KNbO_3 単結晶のc面に金を蒸着して正極および負極を形成し、次いで 200°C で 1 kV/cm の電界を KNbO_3 単結晶の正負電極間に印加することによって行った。単分域化処理後、c面を軽く鏡面研磨することによって、蒸着させた金を除去した。

【0033】単分域化した結晶ブロックから、 $10 \times 10 \times 3 \text{ mm}$ のa面プレート（ $10 \times 10 \text{ mm}$ の面がa面）を切り出し、a面プレートの両面を鏡面研磨した。鏡面研磨後、鏡面研磨面を $3 \times 3 \text{ mm}$ に切断して、 KNbO_3 単結晶光学素子を作製した。

【0034】得られた素子9個の鏡面側縁部のドメインおよびチッピングを50倍の光学顕微鏡で観察したところ、容易に、 KNbO_3 単結晶光学素子のc面とb面とを識別できることがわかった。

【0035】

【実施例2】実施例1で作製した $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}$ の大きさの単分域化した結晶ブロックから、入出射面法線方向がa-b軸面内でa軸から 60° の方向になるよう

にして、 3 mm 厚で結晶プレートを切り出した。切り出した結晶プレートの両面を鏡面研磨し、その後、 $3 \times 3 \text{ mm}$ に切断し、洗浄して、 KNbO_3 単結晶光学素子を作製した。

【0036】得られた素子9個の鏡面側縁部のドメインおよびチッピングを50倍の光学顕微鏡で観察したところ、容易に、 KNbO_3 単結晶光学素子のc面とa-b面とを識別できることがわかった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子の一例を説明するための図面である。

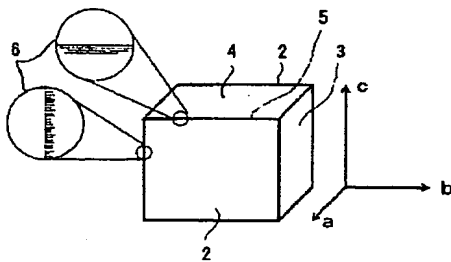
【図2】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子の他の一例を説明するための図面である。

【図3】本発明に係る KNbO_3 単結晶光学素子の概略を説明するための図面である。

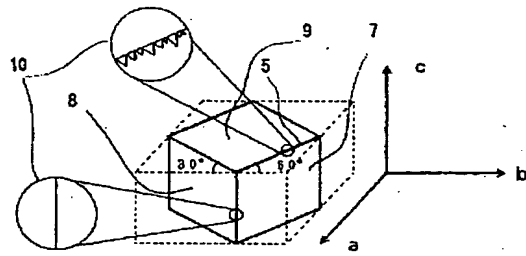
【符号の説明】

- 2 …レーザー光の入出射面（a面）
- 3 …b面
- 4, 9 …c面
- 5 …側縁部
- 6, 10 …パターン
- 7 …レーザー光の入出射面（ 60° a-b面）
- 8 … 30° a-b面
- 11 …レーザー光の入出射面
- 12, 13 …側面

【図1】



【図2】



【図3】

